

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ ФАЗОВОГО СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ПРИ ВОССТАНОВЛЕНИИ ДЕТАЛЕЙ ЭЛЕКТРОДУГОВОЙ МЕТАЛЛИЗАЦИЕЙ

Скобло Т.С., доктор техн. наук, Сидашенко А.И., канд. техн. наук, Власовец В.М., аспирант.

(Харьковский государственный технический университет сельского хозяйства)

Розглянуто методика дослідження фазового складу і структури покриття. Встановлено дифузійний характер перехідного шару. його товщину (21 мкм).

С развитием новых ремонтных технологий восстановления деталей методом электродуговой металлизации (ЭДМ) все большее значение приобретает получение достоверной информации о структуре наращиваемого слоя и особенностях переходной зоны, которая обеспечивает прочность.

В связи с большой нестабильностью процесса ЭДМ покрытия, полученные данным методом, отличаются высокой степенью гетерогенности структуры и формирующихся фаз (рис.1). Помимо этого нанесенный слой содержит большое количество пор и окислов, распределенных как по границам зерен, так и внутри их. Так как совокупность приведенных выше особенностей существенно влияет на свойства слоя, то интерес представляет их детальное изучение. Применение метода измерения микротвердости (прибор ПМТ-3) для идентификации фаз в покрытии и определения величины переходной зоны из-за большой усредненности полученных результатов оказалось малоэффективным.

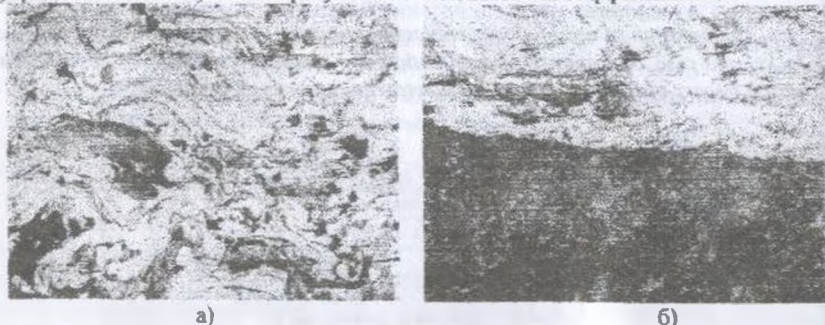


Рис. 1. Микроструктура шатуновой шейки коленчатого вала двигателя СМД-60 наплавленного методом электродуговой металлизации ($\times 100$):

а) наплавленный слой

б) переходная зона, внизу – матрица (чугун ВЧ - 60)

Оценку пористости и несплошности покрытий проводили металлографич-

ческим методом (микроскоп МИМ-8М). Для этого образцы, вырезанные из вышедшего из эксплуатации коленчатого вала двигателя СМД-60, предварительно подвергли шлифовке и юлированию. Приготовленный шлиф был протравлен 4% - ным раствором азотной кислоты в этиловом спирте. Далее исходное изображение микрошлифа анализируемого образца (увеличение $\times 100$) было переведено в масштабе 1:1 в электронный вид и обработано с помощью универсальных программных средств. Визуализируемую поверхность напыленного слоя условно разделили на ряд секторов размером 10 мкм^2 . Для исследований произвели выборку, состоящую из 10 элементов. В качестве оценочного критерия был принят определенный визуально градиент черного цвета (величина которого составляла не менее 75%). Для каждого сектора определили процент его заполнения черным цветом. Результат исследования был определен как арифметическая сумма. Оцененное значение пористости и несплошности для данного покрытия составило 12%.

Проведение металлографических исследований и использование метода микротвердости не позволило определить величину и характер переходной зоны, а также формирующиеся в покрытии фазы. Поэтому к выполнению поставленных задач целесообразным представилось привлечение методов аналитической электронной микроскопии, в частности рентгеноспектрального микроанализа. К преимуществам данного метода следует отнести информативность относительно объемного состава заглубленных слоев, высокую абсолютную чувствительность, локальность, возможность проведения как качественных, так и количественных измерений.

Исследования состава кристаллизующихся фаз, распределения частиц дисперсной фазы и протяженности переходной зоны осуществляли на растровом электронном микроскопе - микроанализаторе РЭММА 101А.

Сбор спектрометрической информации был произведен с энергодисперсионного рентгеновского спектрометра (EDS) в разных аналитических режимах микроскопа. Управление столом объектов микроскопа, обработку накопленных измерений, выполнение необходимых калибровок, расшифровку характеристических рентгеновских спектров образцов, выполнение качественного и количественного электронно-зондового микроанализа производили автоматически с терминала.

Экспериментальные исследования были проведены в следующей последовательности. После установки образцов на стол объектов и программирования режима его работы, микроскоп переключали в режим сканирования для выбора по электронному изображению области нанесенного слоя и переходной зоны. После запуска в работу EDS-канала, произведенной разметки рабочих участков и составления списка анализируемых элементов, измеряли и расшифровывали спектры характеристического рентгеновского излучения наблюдаемой области образца.

Для получения общей картины поверхности использовали режим сканирования по площади прямоугольника (увеличение $\times 50$), лежащего в пределах напыленного слоя. Определение гетерогенности формирующихся фаз в покрытии, а также концентрационного распределения элементов в переходной зоне

проводили в автоматическом режиме пошагового сканирования электронным зондом (с шагом 300 и 7 мкм). При анализе структуры фаз, межфазных границ использовали увеличения 7000 и 10000 со сведением первичного луча в точку. Для покрытий, нанесенных методом электродуговой металлизации, оптимальное значение ускоряющего напряжения оказалось равным 20,00 кВ, а угол наклона рентгеновского излучения – 40,00°.

При запуске энергодисперсионного модуля и на терминал выводится рабочий экран EDS-канала (Рис.2). Он разбит на три зоны. В верхней части справа – окно для общего вида спектра в логарифмическом масштабе. Средняя часть экрана отведена для главного окна, в котором выводится спектр в линейном, регулируемом, масштабе. Непосредственно под ним отображали информацию о текущем состоянии окна.

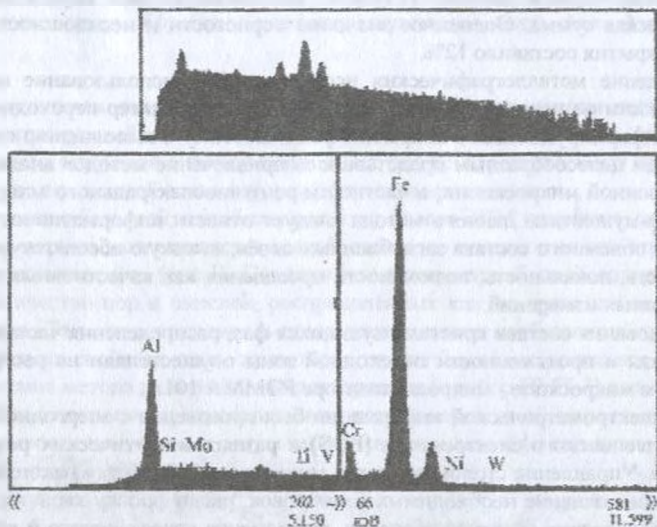


Рис. 2 Окно рабочего экрана EDS – канала, с отображением исследуемого спектра легированной α - фазы в логарифмическом (а) и линейном (б) масштабах.

Обработка EDS-спектров является средством решения задачи качественно-энергодисперсионного электронно-зондового микроанализа и первым этапом решения задачи количественного анализа. Обработку выполняли в такой последовательности: калибровка спектра по энергии, поиск и идентификация пиков, определение их площади с разделением частично наложенных пиков и сохранением результатов обработки для последующих расчетов концентраций определяемых элементов.

Калибровку спектров производили по двум пикам известной энергии. Пики были выбраны с условиями отсутствия признаков искажения формы за счет наложения, контрастности (заметного выделения из фона) и расположения в

противоположных концах спектра. Калибровку выполняли по характеристическим линиям алюминия и железа, энергии которых задавали с помощью KLM-маркера. После калибровки спектров выполняли качественный энергодисперсионный анализ.

Задачей данного анализа являлось определение химического состава образца, его отдельных зон и фазового распределения компонентов, т. е. установление присутствия линий характеристического рентгеновского излучения в спектре объекта и расшифровка этих линий. В процессе обработки результатов эксперимента применяли как автоматический поиск пиков в спектре и расшифровку линий, так и визуально-ручной способ с применением KLM-маркеров. Результатом завершения выполнения качественного анализа, таким образом, явилось определение соответствия химических элементов пикам в спектре.

После проведенной качественной, выполнили количественную обработку спектра. Количественная обработка спектра заключалась в определении интенсивностей аналитических линий присутствующих в спектре элементов, т. е. площадей соответствующих пиков с учетом возможных наложений. Для ее выполнения сформировали задание для обработки, включавшееся в определение списка оцениваемых элементов, разметке рабочих участков спектра и установлении значений степени фонового полинома для каждого участка. В данном случае оно изменялось в пределах от 2 до 8 в зависимости от степени соответствия модельного и исходного спектров.

Результаты количественной обработки спектров оформляли в виде сводной итоговой таблицы интенсивностей определяемых элементов необходимой для последующих пересчетов полученных данных по концентрации. При этом использовали процедуру расчета состава образцов основанную на классической схеме ZAF-коррекции учета матричных эффектов. По результатам измерения интенсивностей элементов в стандартном образце с учетом матричных эффектов определяли интенсивности чистых элементов. При этом расчет производили путем итеративного расчета состава и поправочных ZAF-коэффициентов. Таким образом, для проведения количественного анализа использовали данные по интенсивности чистых элементов, полученных при тех же условиях анализа, что и у исследуемого образца. Итоговые результаты вычислений были нормированы к 100%. При этом практически все элементы идентифицировали в излучении K-линий, а более тяжелые (Mo, W) были детектированы по L-линиям.

Вследствие того, что сильное поглощение мягкого рентгеновского излучения характерно элементам с малыми атомными номерами (в частности углерод), то для получения полной информации по исследуемым образцам, были использованы данные химического анализа нанесенного слоя. В соответствии с ними содержание углерода в покрытии составляло 0,12%.

Анализ полученных данных показал, что имеет место неоднородность в распределении элементов по слоям. В связи с высоким содержанием хрома в покрытии выявлены дисперсные спецкарбиды Me_2C_6 . Также, на основании экспериментальных данных предположили, что преобладающей в покрытии является α -(Fe,Cr) фаза со значительным содержанием σ -фазы, а основная часть алюминия растворена в α -фазе. Проведенный рентгеноструктурный ана-

лиз наплавленного слоя подтвердил высказанное выше предположение.

При этом была отмечена высокая неоднородность переходной зоны. Удалось установить, что она имеет диффузионный характер. Её протяженность для величины наплавленного слоя до 1 мм по диаметру составляет 21 мкм. А также определено, что на характер переходного слоя решающее влияние оказывают концентрационные распределения основных элементов данного покрытия Si и Al.

Результаты проведенных исследований показали, что метод рентгеноспектрального микроанализа позволяет с высокой степенью достоверности производить исследования поверхности, структуры и состава материалов, анализа состава частиц дисперсных фаз, концентрационного распределения в пределах диффузионных зон и может быть рекомендован для применения в области создания ремонтных технологий.

Список литературы

1. Попов В. Ф., Горин Ю. Н. Процессы и установки электронно-ионной технологии. - М.: Высшая школа, 1988. - 256 с.
2. Уманский А. С., Скаков Ю. А. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. - М.: Металлургия 1982. - 418 с.
3. Похмурский В. И., Пых В. С., Студент М. М. Особенности электродугового напыления с применением порошковых проволок / Автоматическая сварка. 1991. № 11. С. 64-68.
4. Чалых А. Е., Алиев А. Д., Рубцов А. Е. Электронно-зондовый микроанализ в исследовании полимеров, - М.: Наука, 1990. - 191 с.
5. Нарига К. Кристаллическая структура неметаллических включений в стали. - М.: Металлургия, 1969 - 191 с

Аннотация

Методика исследования фазового состава и структуры при восстановлении деталей электродуговой металлизацией

Рассмотрена методика исследования фазового состава и структуры покрытия. Установлен диффузионный характер переходного слоя, его протяженность (21 мкм).

Abstract

Procedure of exploration of phase makeup and structures at restoring parts by an electric arc metallization

The procedure of exploration of phase makeup and structures of a coverage surveyed. The diffusive character of a transition stratum, his extent (21microns) is fixed.